



AUSGEGEBEN AM

5. JULI 1930

 REICHSPATENTAMT  
 PATENTSCHRIFT

Nr 501 889

KLASSE 39b GRUPPE 12

H 106700 IVa/39b\*

Tag der Bekanntmachung über die Erteilung des Patents: 19. Juni 1930

Holzverkohlungs-Industrie Akt.-Ges. in Konstanz, Baden\*)

Lösungs- und Erweichungsmittel für Celluloseester und ähnliche Celluloseabkömmlinge

Patentiert im Deutschen Reiche vom 23. Mai 1926 ab

Die Erfindung bezieht sich auf Lösungsmittel und Erweichungsmittel für Celluloseester, Harze und ähnliche Celluloseabkömmlinge, wie Celluloseäther u. dgl. Stoffe, wie solche bei der Herstellung von Lacken, Filmen, Fäden, plastischen Massen u. dgl. zur Verwendung kommen. Bekanntlich verwendet man bei derartigen Verfahren neben den niedrigsiedenden Lösungsmitteln noch solche von höherem Siedepunkt, um den Verdunstungsvorgang günstig zu beeinflussen und glatte, durchsichtige, geschmeidige Lackflächen u. dgl. zu erzielen. Als derartige hochsiedende Lösungsmittel sind z. B. Benzylalkohol, Acetessigester, Cyclohexanol und Methylcyclohexanol und deren Ester bekannt geworden.

Es wurde nun gefunden, daß Laktone, insbesondere  $\gamma$ -Laktone, wie z. B. Butyro- oder Valerolaktone, ausgezeichnete Lösungs- und Erweichungsmittel für die in Betracht kommenden Stoffe, wie z. B. Nitrocellulose, Acetylcellulose, sind. Da die vorgeschlagenen Mittel gleichzeitig gute Lösungsmittel für Harze und andere Stoffe, wie solche vielfach als Zusätze zu Celluloseestern usw. Verwendung finden, z. B. Kolophonium, Kopal, Mastix, Linosyn usw., sind, lassen sie sich auch zur Weichmachung von Gemischen aus z. B. Celluloseestern mit solchen Stoffen verwenden, wie auch für Gemische von Nitro-

und Acetylcellulose darstellen. Man kann z. B. bei gewöhnlicher Temperatur in 1 kg Butyrolakton 2 kg Acetylcellulose mit Leichtigkeit unter Bildung einer 30prozentigen Lösung von Acetylcellulose lösen.

Bei Verwendung der Laktone in zur vollständigen Lösung nicht ausreichenden Mengen stellen diese vorzügliche Gelatinierungsmittel z. B. für Celluloseester dar. Durch Wärme kann das Löse- bzw. Erweichungsvermögen der Laktone beträchtlich gesteigert werden. So kann man z. B. mit verhältnismäßig geringen Mengen von Laktone Celluloseester in der Wärme in ausgezeichneter Weise gelatinieren.

Für die Verwendung der Laktone als Lösungs- und Erweichungsmittel bieten ihre fast völlige Geruchlosigkeit, ihre neutrale Reaktion sowie ihre Wasserlöslichkeit besondere Vorteile. Gegenüber den bisher verwendeten hochsiedenden Weichmachungsmitteln, wie Benzylalkohol, Acetessigester, Cyclohexanol u. dgl., besitzen sie noch den Vorzug besseren Lösungsvermögens bei größerer Wohlfeilheit.

An Stelle reiner Laktone können vorteilhaft auch Laktone enthaltende Mischungen, wie solche z. B. in der Holzverkohlungsindustrie besonders wohlfeil erhalten werden können, als Weichmachungsmittel Verwendung finden. Bei der Rektifikation der durch

\*) Von dem Patentsucher ist als der Erfinder angegeben worden:

Dr. Josef Seib in Konstanz i. B.

Zersetzung von Graukalk mit Schwefelsäure gewonnenen Rohessigsäure fallen z. B. die sog. Rückstandssäuren an. Durch Versetzen dieser Rückstandssäuren mit zu deren Neutralisierung erforderlichen Mengen alkalischer Stoffe, z. B. Carbonaten und darauffolgender Destillation, kann man z. B. Fraktionen, die mehr oder weniger große Mengen von Laktone enthalten, gewinnen und diese als Lösungs- bzw. Weichmachungsmittel verwenden. Weiterhin können aus den Rückstandssäuren auch Laktone in reiner Form gewonnen werden.

### Beispiele

1. 100 Gewichtsteile Celluloseacetat, 80 Gewichtsteile Methylalkohol, 80 Gewichtsteile Benzol, 60 Gewichtsteile Tetrachloräthan und 25 Gewichtsteile Butyrolakton werden bei 60° C verknetet. Man erhält auf diese Weise einen durchsichtigen gelatinösen Block, der auf die übliche Weise auf die gebräuchlichen Gegenstände verarbeitet werden kann.
2. Man verdünnt die nach Beispiel 1 erhaltene gelatinöse Masse mit so viel niedrig- und mittelsiedenden Lösungsmitteln, daß die entstandene Lösung 8 bis 15% Celluloseester und Harze enthält und bekommt auf diese Weise einen streich- und spritzfähigen Lack.
- Bei Durchführung der vorstehend beispielsweise beschriebenen Verfahren können selbstverständlich auch andere Lösungsmittel oder andere Celluloseabkömmlinge verwendet werden. Ferner können z. B. Zusätze von Harzen, Farben oder von bekannten Weichmachungsmitteln vorgesehen werden. Auch die Mengenverhältnisse können abgeändert werden.
- Infolge der Eigenschaft der Laktone, für sich oder in Vereinigung mit anderen lösend wirkenden Stoffen ausgezeichnete Lösefähigkeit in Verbindung mit guter Mischbarkeit mit anderen Lösungsmitteln, wie auch mit Wasser, zu entfalten, können diese für viele technische Zwecke, wie z. B. bei der Herstellung von Lacken, Filmen, plastischen Massen aus Celluloseestern, gegebenenfalls in Mischung mit Harzen und anderen hierfür geeigneten Zusatzstoffen, mit Vorteil Verwendung finden.
- Von bereits vorgeschlagenen Weich-

machungsmitteln, insbesondere solchen ähnlichen Siedepunktes, unterscheiden sich Laktone, insbesondere Butyro- und Valerolaktone als auch die bei Verarbeitung von Holzdestillationsprodukten gewonnenen Laktone enthaltenden Stoffe nicht nur durch ihre Wohlfeilheit, sondern auch vor allem durch ihre Wasserlöslichkeit, wodurch klare, trübungs-freie Lackschichten von besonderem Glanze auch unter ungünstigen äußeren Verhältnissen, z. B. in feuchter Atmosphäre, erhalten werden können.

Es ist bereits vorgeschlagen worden, hornartige Massen aus Eiweißkörpern dadurch herzustellen, daß man Eiweißkörper, wie z. B. Casein, Albumin u. dgl., mit Estern mehrwertiger Alkohole, z. B. Glycerinester oder Laktone oder Anhydriden der  $\alpha$ -Oxysäuren, vermischt, wobei gegebenenfalls auch noch andere Stoffe, wie z. B. Teerprodukte, geschwefelte Öle, Cellulosederivate, Kautschuk o. dgl., zugesetzt werden können.

Aus dieser Veröffentlichung konnte nicht der Schluß gezogen werden, daß Laktone, wie Butyro- und Valerolaktone, besonders vorteilhafte Lösungs- und Erweichungsmittel für Stoffe, wie Celluloseester, darstellen, dieses um so weniger, als gerade die nach dem bekannten Verfahren vorgeschlagenen Laktone der  $\alpha$ -Oxysäuren für vorliegende Zwecke wenig geeignet sind.

### PATENTANSPRÜCHE:

1. Verwendung von Laktone, insbesondere Butyro- und Valerolaktone, als Lösungs- und Weichmachungsmittel für Celluloseester und ähnliche Celluloseabkömmlinge, wie solche z. B. für die Erzeugung von Lacken, Filmen, Fäden, plastischen Massen u. dgl. in Betracht kommen.
2. Verwendung von Laktone enthaltenden Mischungen, insbesondere solcher, welche in der Holzverkohlungsindustrie, z. B. aus den bei der Rektifikation der durch Rohessigsäure anfallenden Rückstandssäuren gewonnen werden können, als Lösungs- und Weichmachungsmittel für Celluloseester u. dgl. Celluloseabkömmlinge.